

ESTUDIO DE LA ESTRUCTURA FINA DE FIBRAS TEXTURADAS DE POLIAMIDA 6.6. SORCIÓN DE YODO Y CRISTALINIDAD

J. Maillo^I, D. Cayuela^{II}, J. Gacén^{III}, O. Fernández^{IV} y L. Mercado^V

0.1. Resumen

En este trabajo, se estudian las variaciones de estructura fina de las fibras de poliamida 6.6. Con este fin, la técnica de sorción de yodo, utilizada en general para la caracterización de la estructura fina de las fibras de poliéster, ha sido adaptada y optimizada para las fibras de poliamida 6.6.

Las muestras utilizadas son fibras de poliamida 6.6 con el mismo número y el mismo número de diferentes filamentos, texturadas por falsa torsión a diferentes temperaturas y texturadas por chorro de aire.

La técnica de sorción de yodo ha sido una técnica útil para determinar diferencias entre los diferentes sustratos. Los resultados se han relacionado con la cristalinidad obtenida por calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Palabras clave: poliamida 6.6, microestructura fina, sorción de yodo, cristalinidad, calorimetría diferencial de barrido.

0.2. Summary: STUDY OF FINE STRUCTURE OF TEXTURED POLYAMIDE 6.6 FIBRES. IODINE SORPTION AND CRYSTALLINITY

In this work, variations of the fine structure of polyamide 6.6 fibres are studied. For this purpose, iodine sorption technique, usually used in

the characterization of the fine structure of polyester fibres has been adapted and optimized for polyamide 6.6 fibres.

Used samples are polyamide 6.6 fibres with the same count and different filament number, false twist textured at different temperatures and air-jet textured.

The iodine sorption technique has been an useful technique to determine differences among the different substrates. Results have been related with crystallinity obtained by differential scanning calorimetry (DSC).

Key words: Polyamide 6.6, fine microstructure, iodine sorption, crystallinity, differential scanning calorimetry.

0.3. Résumé: ÉTUDE DE LA STRUCTURE FINE DES FIBRES TEXTURÉES DE POLYAMIDE 6.6. SORPTION DE L'IODE ET CRISTALLINITÉ

Dans ce travail, on étudie les variations de la structure fine des fibres de polyamide 6.6.

À cette fin, la technique d'absorption de l'iode, généralement utilisée pour la caractérisation de structure fine des fibres de polyester, a été adaptée et optimisée pour les fibres de polyamide 6.6.

Les échantillons utilisés sont des fibres de polyamide 6.6 avec le même nombre et le même nombre de filaments différents, texturées par fausse torsion à différentes températures et texturées par air-jet.

La technique de sorption d'iode a été une technique utile pour déterminer les différences entre les différents substrats. Les résultats ont été associés avec la cristallinité obtenue par calorimétrie différentielle à balayage. (DSC).

Mots clés: polyamide 6.6, microstructure fine, sorption de l'iode, cristallinité, calorimétrie différentielle à balayage.

I Dra. Ing. Josefina Maillo Garrido, Catedrática de Universidad jubilada

II Dra. en Ciencias Químicas, Diana Cayuela Marín, Directora de Investigación de la Universitat Politècnica de Catalunya. Responsable del Laboratorio de Polímeros Textiles del INTEXTER (U.P.C.)

III Dr. Ing. Joaquín Gacén Guillén, Catedrático de Universidad jubilado

IV Olga Fernández. Ingeniera Industrial

V Dra Ing. Laura Mercado.

1. INTRODUCCIÓN

Las fibras de poliamida experimentan, durante los tratamientos térmicos del proceso de fabricación y de transformación en la industria textil, cambios en su estructura fina o microestructura, con modificaciones más o menos importantes de su grado de cristalinidad y/o orientación. Estos parámetros son los más importantes de la estructura fina global de la fibra y condicionan, en gran medida, su comportamiento mecánico y tintóreo, así como su uso final.

Los cambios en la estructura fina de las fibras de poliamida producen comportamientos mecánicos irregulares y/o diferencias en el comportamiento de tinte. Las fibras de poliamida 6.6 se utilizan en una gran proporción como hilos texturados. El texturado se puede hacer a través de varios procesos. En este trabajo, se estudian hilos de POY texturados por procesos de falsa torsión o de chorro de aire. En estos procesos de fabricación participan diferentes variables como la temperatura, la fricción, la velocidad del hilo, etc. Regulando estos parámetros, es posible obtener hilos texturados con diferentes características como volumen, elasticidad y brillo.

En este estudio se utilizan hilos texturados por proceso de falsa torsión, variando la temperatura del horno. Estas variaciones de temperatura producirán modificaciones en la estructura fina de estos hilos texturados.

Estos cambios se han comparado con los producidos sobre un hilo del mismo fabricante texturado por chorro de aire.

Con el fin de estudiar las variaciones de estructura fina producidas durante el proceso de texturado, se han utilizado técnicas físico-químicas, como la sorción de yodo.

En este trabajo, la técnica de sorción de yodo para fibras de poliamida 6.6 se ha completado y adaptado, determinando las condiciones óptimas para su aplicación como la concentración de yodo y de yoduro potásico en el medio de la sorción y la necesidad o no de añadir un agente de hinchamiento. También se ha estudiado la sensibilidad de esta técnica para todos los sustratos texturados estudiados. Se ha determinado la cristalinidad calculada a partir de los termogramas de calorimetría de barrido, con el fin de establecer correlaciones entre estos valores y la sorción de yodo.

El objeto de este trabajo es estudiar el efecto del aumento de temperatura en el proceso de texturado sobre la estructura fina de las fibras de poliamida 6.6. Estos resultados se comparan con los obtenidos cuando los hilos de poliamida se texturan por un proceso de chorro de aire.

2. EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

- Hilo continuo A (78 deniers/68 filamentos) texturado por falsa torsión a 200, 210, 220 y 230°C (A1, A2, A3, A4).
- Hilo continuo B (78 deniers/23 filamentos) texturado por falsa torsión a 200, 210, 220 y 230°C (B1, B2, B3, B4).
- Hilo continuo C (78 deniers/68 filamentos), C1 texturado por proceso de chorro de aire.
- Hilo continuo D (78 deniers/23 filamentos), C1 texturado por proceso de chorro de aire.

2.2 Sorción de yodo

2.2.1. Solución de sorción

En un trabajo previo¹⁾ se comprobó que, debido a la hidrofiliidad de las fibras de poliamida 6, no era necesario el uso de un agente de hinchamiento en la solución de sorción. Así, se añadieron sólo 10 ml / l de ácido acético glacial a la acidificación a la mezcla de yodo / yoduro potásico. Las concentraciones de yodo utilizadas para la poliamida 6 fueron 0,01 y 0,015 M. Para la poliamida 6,6, las pruebas anteriores se realizaron con concentraciones de 0,015 y 0,02 M, obteniéndose que, en la última concentración, los valores de sorción de yodo fueron excesivamente altos. Por lo tanto se decidió el uso de una concentración de 0,015 M.

2.2.2. Disoluciones

- 0,015 M de yodo con 7 g/l de yoduro potásico y 10 ml/l de ácido acético
- Fenol/2 propanol 70/30 (w/w)
- 0,005M de tiosulfato sódico
- Almidón 2%

2.2.3. Método experimental

La sorción de yodo es el número de miligramos de yodo por gramo de fibra que es sorbido por la muestra después de permanecer en contacto durante 20 minutos con una solución de 0,015 M de yodo en el agua. Después del lavado de las fibras, se disuelven en una solución de fenol / 2 propanol y el yodo sorbido se valora con una solución de tiosulfato sódico^{2,3)}.

Antes de efectuar la prueba, la materia prima se lava con una solución de 1 g/l de Sandozina NIA (Sandoz) (relación de baño 1/60) a 40°C durante 30 minutos. Seguidamente se aclara primero con agua fría, luego con agua caliente (5 minutos) y finalmente se da un tercer enjuague con agua fría. A continuación se exprime y seca a temperatura ambiente.

Se pesa una muestra de 0,25 g (+0,1 mg), después se introduce en un pesafiltros y se seca en una estufa a 40°C durante 2 horas. Como no es posible aumentar la temperatura de secado debido

a que las temperaturas más altas pueden producir una variación en la estructura fina de la fibra, y que los estudios preliminares han demostrado que las variaciones en el peso de la muestra no son mayores que 1%, después del secado la muestra se pondera una vez más y este peso se considera como el peso seco de la muestra.

Se introducen 25ml de la solución de yodo en tubos de vidrio de 50ml de capacidad y provistos de tapones esmerilados, Los tubos se sumergen en un baño termostático a la temperatura de sorción de ensayo deseada. A continuación, 0,25 g (+0.1mg) de la muestra de fibra se introducen en cada tubo y se mantiene en contacto con la solución de yodo durante 20 minutos. Transcurrido este tiempo se retiran los tubos del termostato y se vierte su contenido en un crisol de placa filtrante nº1, a la vez que se filtra bajo una ligera aspiración proporcionada por el flujo de agua de la bomba

Inmediatamente después, la muestra se lava con agua destilada mediante la aplicación de una ligera aspiración, hasta que el agua residual del lavado es completamente incolora. Esto requiere aproximadamente 1 litro de agua. La muestra se retira del filtro y se transfiere a un matraz Erlenmeyer que contiene 30 ml de la solución fenol/2 propanol (70/30). Luego, se tapa y se coloca en un baño termostático a 50°C hasta que toda la fibra se disuelve completamente. El matraz es posteriormente retirado del baño termostático, se enfría y se le añaden 10 ml de agua destilada y 3 g de yoduro potásico, valorándose el yodo con una solución de tiosulfato 0,005 M.

Seguidamente se lava la muestra con agua destilada, aplicando una ligera aspiración, hasta que las aguas de lavado aparecen totalmente incoloras soliendo ser suficiente para ello el lavado con 1 litro de agua. Se retira la muestra del crisol y se pasa a un erlenmeyer de boca esmerilada que contiene 30 ml de la solución de fenol/2-propanol 65/35 (p/p). El conjunto se ambienta en un baño termostático a 65°C hasta la disolución total de la fibra. Se retira el erlenmeyer del termostato, se enfría y se le añaden 10 ml de agua destilada y 3 g de yoduro potásico, valorándose el yodo adsorbido con una solución de tiosulfato sódico 0,01 M.

La sorción de yodo (SI) viene dada en mg de yodo sorbido por 1 gramo de fibra y se calcula del modo que se indica:

$$SI = \frac{V \cdot 0,01 \cdot 253,82}{W}$$

en donde:

- V son los ml de tiosulfato consumidos en la valoración.
- 253,82 es el peso molecular del yodo.
- W es el peso seco en gramos de la muestra.

Los ensayos de sorción se realizaron por duplicado debido a su excelente reproducibilidad (CV-3%, 12 ensayos).

2.3. Calorimetría diferencial de barrido

La temperatura de fusión y las entalpías de fusión de los sustratos se determinaron por calorimetría diferencial de barrido, en un Perkin Elmer DSC-7. Los termogramas se obtuvieron en las siguientes condiciones de funcionamiento: temperatura inicial de 50°C, temperatura final de 300°C, velocidad de calentamiento, 20°C / min, flujo de gas nitrógeno (2kg/cm²) [4].

De la entalpía de fusión del sustrato estudiado (ΔH_m) y la entalpía de fusión de la poliamida 6.6, 100% cristalina (ΔH_c^o) (191 J / g), la cristalinidad se calculó mediante la ecuación:

$$cristalinidad (\%) = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_c^o} \cdot 100$$

El coeficiente de variación máxima de la entalpía de fusión y la cristalinidad es el 2,4%. Para las temperaturas de fusión este valor es 0,8%.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Calorimetría diferencial de barrido

A partir de los termogramas, se han determinado las temperaturas de fusión y la entalpía de fusión inicial, final y picos, siendo representados los resultados obtenidos de los sustratos A en la Tabla 1.

TABLA 1

Fusión inicial, final y pico de la temperatura, la entalpía y porcentaje de cristalinidad de los sustratos de grupo A.

Sustrato	ΔH (J/g)	Cristalinidad (%)	T_m (inicial) (°C)	T_m (pico) (°C)	T_m (final) (°C)
A	63,1	33,0	258,3	263,2	266,6
A ₁	70,3	36,8	258,0	262,5	264,6
A ₂	72,3	37,9	258,0	263,3	265,4
A ₃	73,6	38,5	258,4	263,1	265,2
A ₄	74,2	38,8	258,7	263,1	265,1

Comparando los valores de entalpía de todos los hilos texturados con el original, se observa una disminución considerable entre el sustrato A y el resto de los sustratos; con diferencias de 7,2 J / g entre A y A1, de 9,2 J / g entre A y A2, de 10,5 J / g entre A y A3 y de 11,1 J / g entre A y A4.

La Figura 1 muestra la variación de cristalinidad como una función de la temperatura de texturado, apreciando que la cristalinidad aumenta con la temperatura de texturado, existiendo una linealidad clara entre la cristalinidad de los sustratos texturados, A2 y A3 con sus temperaturas de texturado -200°C, 210°C y 220°C, respectivamente -. Sin embargo, el sustrato A4, texturado a 230°C, presenta una cristalinidad menor que la correspondiente a la linealidad, lo que puede ser debido al hecho de que esta temperatura es demasiado alta produciendo irregularidades en la estructura del polímero.

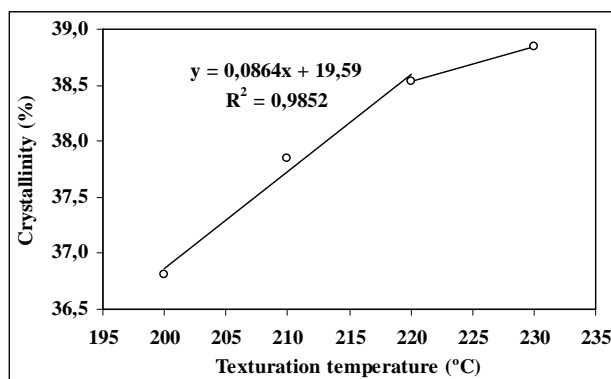


FIGURA 1: Porcentaje de cristalinidad como una función de la temperatura de texturado (Grupo A).

Los resultados de la calorimetría diferencial de barrido del grupo de sustratos B han sido reproducidos en la Tabla 2 y la relación entre la cristalinidad y las temperaturas de texturado aparecen en la Figura 2.

La tendencia es igual que en los sustratos anteriores, así que, la cristalinidad aumenta con la temperatura de texturado. Sin embargo, en este grupo la linealidad está entre todos los sustratos. El sustrato texturizado a 230°C no parece presentar irregularidades por la aplicación de alta temperatura en el proceso de texturado.

TABLA 2

Fusión inicial, final y pico de la temperatura, la entalpía y porcentaje de cristalinidad de los sustratos del grupo B.

Sustrato	ΔH (J/g)	Cristalinidad (%)	T_m (inicial) (°C)	T_m (pico) (°C)	T_m (final) (°C)
B	68,6	35,9	255,1	260,2	263,0
B ₁	70,2	36,8	255,4	260,3	262,4
B ₂	72,5	38,0	255,4	260,3	262,6
B ₃	76,2	39,9	255,5	260,3	262,5
B ₄	78,3	41,0	255,6	260,3	262,5

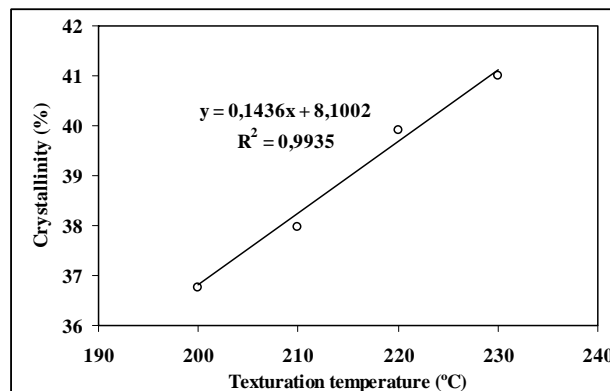


FIGURA 2: Porcentaje de cristalinidad como una función de la temperatura de texturado (Grupo B).

Una explicación de la respuesta diferente a la misma temperatura de texturado de 230 °C para ambos hilos sería que, al ser hilos con el mismo título pero diferente número de filamentos, el título individual de cada filamento es mayor en el grupo B. Por lo tanto, el hilo B4 tiene menor superficie específica que el hilo A4 y por lo tanto, la aplicación de calor penetra de una manera diferente en cada sustrato.

Los valores obtenidos de los termogramas de los sustratos C y D y los correspondientes a los texturados por chorro de aire C1 y D1 han sido reproducidos en las Tablas 3 y 4, respectivamente.

TABLA 3

Fusión inicial, final y pico de la temperatura, la entalpía y el porcentaje de cristalinidad de los sustratos del grupo C.

Sustrato	ΔH (J/g)	Cristalinidad (%)	T_m (inicial) (°C)	T_m (pico) (°C)	T_m (final) (°C)
C	67,0	35,1	258,0	262,7	265,9
C ₁	71,8	37,6	258,8	263,0	265,8

Los valores obtenidos de ΔH_m y también del porcentaje de cristalinidad para los hilos texturados por chorro de aire son un poco superiores en comparación con el hilo original con un aumento de 4,8% J / g para ΔH_m y 2,5 para la cristalinidad. Este fenómeno puede ser debido a que después del texturado por chorro de aire, la muestra se seca ya que este tratamiento de texturado se realiza en ambiente húmedo. Por esta razón, los cambios producidos en la estructura del polímero son menores que en el texturado por falsa torsión.

TABLA 4

Fusión inicial, final y pico de la temperatura, la entalpía y el porcentaje de cristalinidad de los sustratos del grupo D

Sustrato	ΔH (J/g)	Cristalinidad (%)	T_m (inicial) (°C)	T_m (pico) (°C)	T_m (final) (°C)
D	67,2	35,2	255,0	260,3	263,9
D ₁	70,7	37,0	255,3	260,3	262,9

El sustrato D (Tabla 4) presenta también un ligero aumento de la entalpía y de la cristalinidad causado por el texturado por chorro de aire por la misma razón que en el caso anterior.

Se han comparado los resultados obtenidos de los grupos A y C, ya que son sustratos similares (igual título y número de filamentos) y del mismo productor. Las diferencias obtenidas son probablemente debidas a que se trata de diferentes lotes de fabricación (Tabla 5). Se ha hecho la misma comparación entre los grupos B y D.

TABLA 5

Temperatura de fusión inicial, final y pico, entalpía y porcentaje de cristalinidad de los sustratos originales.

Sustrato	ΔH (J/g)	Cristalinidad (%)	T_m (inicial) (°C)	T_m (pico) (°C)	T_m (final) (°C)
A	63,1	33,0	258,3	263,2	266,6
C	67,0	35,1	258,0	262,7	265,9
B	68,6	35,9	255,1	260,2	263,0
D	67,2	35,2	255,0	260,3	263,9

La calorimetría diferencial ha permitido estudiar el aumento de la cristalinidad de los sustratos estudiados con el tratamiento térmico del proceso de texturado. La cristalinidad aumenta con la temperatura de texturado, siendo esta relación lineal en todo el intervalo de temperatura para los sustratos del grupo B y hasta la temperatura de 220°C para el grupo de sustratos A.

Fouda (5) asoció a los cambios estructurales que tienen lugar durante un tratamiento de calor, dos fenómenos diferentes, una desorientación de las cadenas de las zonas amorfas y una recristalización asociada con el aumento de tamaño y la perfección de los cristales existentes o con un aumento de la cristalinidad debida a la nucleación de cristales nuevos.

3.2. Sorción de yodo

Se ha determinado la sorción de yodo de los cinco hilos continuos estudiados A, A1, A2, A3 y

A4 en un intervalo de temperaturas entre 15°C y 50°C. Los valores se representan en la figura 3.

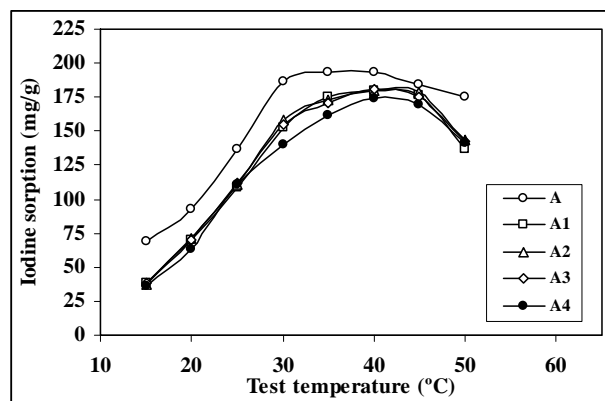


FIGURA 3: Valores de sorción de yodo de los hilos continuos del grupo A a diferentes temperaturas de ensayo

El sustrato A, correspondiente al hilo original, presenta los valores más altos de sorción en todas las temperaturas estudiadas. Los valores de los sustratos A1, A2 y A3 son muy similares en todas las temperaturas de ensayo. El sustrato A4 presenta menor sorción de yodo entre 30 y 45°C y corresponde al hilado texturado a 230°C.

La evolución de los gráficos de A1, A2 y A3 es totalmente similar, presentando la sorción máxima a 40°C, como el sustrato A4. La temperatura máxima para el hilado A es 35°C. Las diferencias más altas se encuentran a 30°C y la mínima a 45°C. El mayor aumento de la sorción tiene lugar entre las temperaturas de 25 a 30°C en todos los sustratos estudiados.

Según esto, el efecto sobre la microestructura de la fibra no cambia prácticamente en el intervalo de temperaturas de texturado entre 200, 210 y 220°C, mientras que se produce una mayor reducción de sorción de yodo a la temperatura de 230°C.

De los resultados es posible deducir que, texturando a 200, 210 y 220°C, se produce, en este tipo de fibra, un efecto muy similar en la microestructura, produciéndose pequeños cambios en las propiedades mecánicas y tintóreas.

La temperatura de 230°C no es una temperatura normal de texturado del poliamida 6.6, ya que está muy cerca de su temperatura de ablandamiento (235°C) y por lo tanto produce variaciones más profundas en la estructura fina de la fibra, como la disminución de cristalinidad citada previamente.

En la figura 4, correspondiente a los hilados B (filamentos de 78dtex/23) texturados a diferentes temperaturas (200°C, 210°C, 220°C y 230°C), las curvas de sorción de yodo se determinan por los cambios de temperatura del ensayo. El hilo original sorbe más yodo en todas las temperaturas de ensayo y los hilados

texturados disminuyen la cantidad sorbida de yodo al aumentar la temperatura de texturado.

La sorción máxima de yodo para el hilado original aparece entre 50 y 55°C; para los hilados texturados a 200°C (B1) el valor máximo aparece a 55°C y para los otros tres (B2, B3 y B4) el máximo aparece a 50°C, presentando valores muy similares entre ellos. Las diferencias más altas de sorción tienen lugar entre 30°C y 35°C.

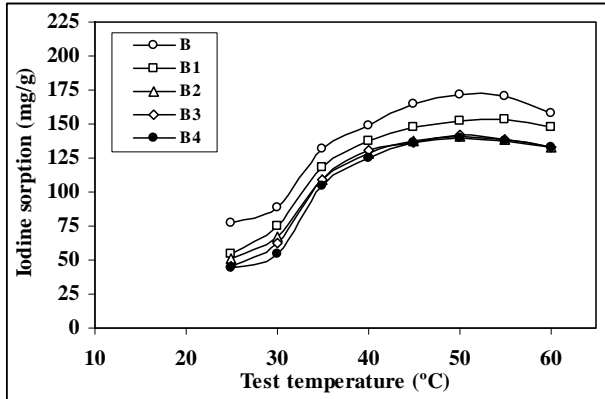


FIGURA 4: Valores de sorción de yodo de hilos continuos del grupo B a diferentes temperaturas de ensayo.

Al aumentar la temperatura de texturado, se produce un aumento gradual de cristalinidad, y por lo tanto una disminución de la cantidad sorbida de yodo.

En la Fig 5, se observa una buena correlación lineal entre la sorción de yodo y la temperatura de texturado a diferentes temperaturas de ensayo (25°C, 30°C y 35°C).

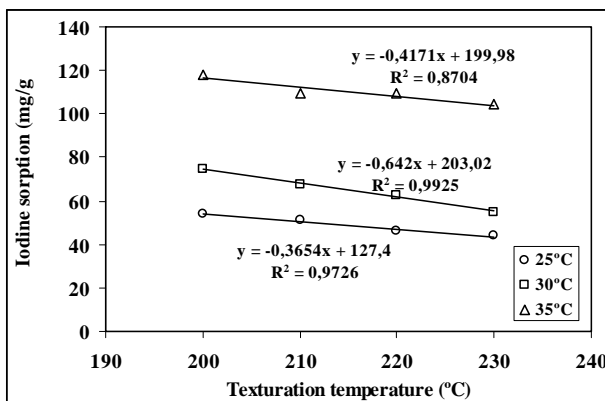


FIGURA 5: Relación entre la temperatura de sorción de yodo y la temperatura de texturado a diferentes temperaturas de ensayo (Grupo B).

Se han realizado ensayos de sorción de yodo en el hilo continuo C y en el hilo texturado por chorro de aire (C1). Los valores obtenidos en el ensayo están representados en la figura 6.

Las dos curvas siguen trayectorias muy similares hasta que se alcanza la temperatura de 35°C. En este punto, se produce una intersección de las dos curvas y el comportamiento se invierte de forma que la muestra C1 pasa a tener uno de los mayores valores de sorción.

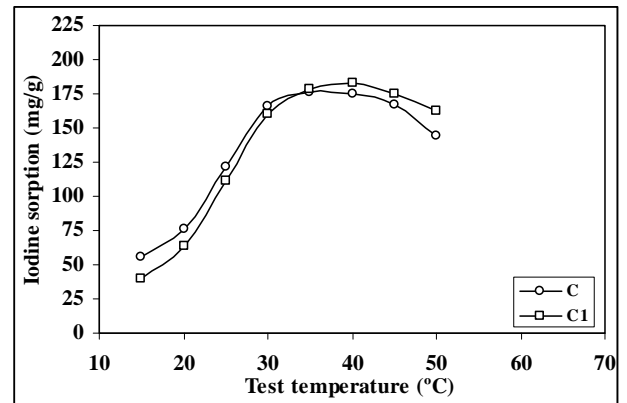


FIGURA 6: Valores de sorción de yodo del hilo original y del hilo texturado por chorro de aire (Grupo C).

Las diferencias más altas de sorción se producen a 50°C y las mínimas a 35°C. Los picos máximos están situados a 35°C en el sustrato C y a 40°C en el sustrato C1. El aumento mayor de sorción tiene lugar entre 25°C y 30°C en ambos sustratos, siendo este valor de 44.3 mg I₂/g de fibra en el sustrato C y 48.6 mg I₂/gr de fibra para el sustrato C1.

Los resultados indican que el proceso de texturado por chorro de aire produce pequeños cambios en la microestructura de la fibra, principalmente debidos a un efecto de tipo mecánico y también a un tratamiento de calor ligero realizados en el proceso de secado, ya que el proceso de chorro de aire se realiza en medio acuoso y los aumentos de cristalinidad producidos durante el proceso de textura de chorro de aire puede ser causados por el tratamiento de secado.

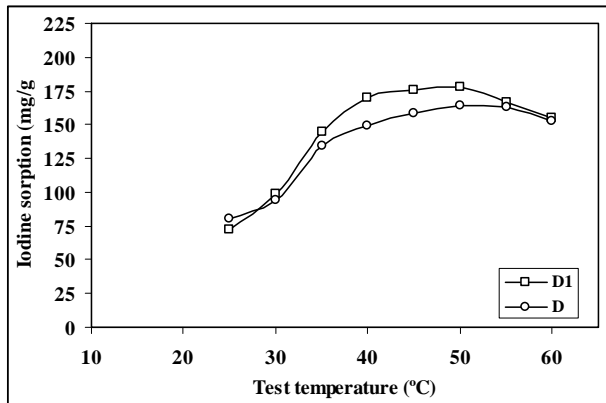


FIGURA 7: Valores de sorción de yodo del hilo original y de los hilos continuos

texturados por chorro de aire (Grupo D).

En la figura 7 se representan los valores de sorción de los sustratos D (filamentos de 78dtex/23) y los valores de los hilos texturados por chorro de aire D1. Los hilos texturados presentan una mayor sorción de yodo en todas las temperaturas de ensayo, lo cual puede ser debido a los efectos mecánicos durante el texturado por chorro de aire produciendo la aparición de fisuras o cavidades en la superficie de la fibra y provocando una mayor sorción de yodo. La figura 8 muestra la superficie de la fibra no tratada. La figura 9 muestra la superficie de la muestra texturada por chorro de aire con las fisuras y cavidades.

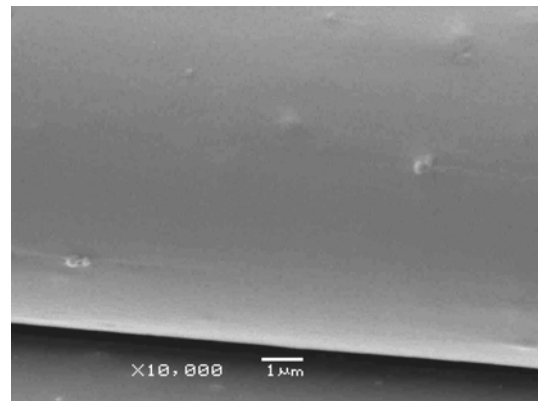
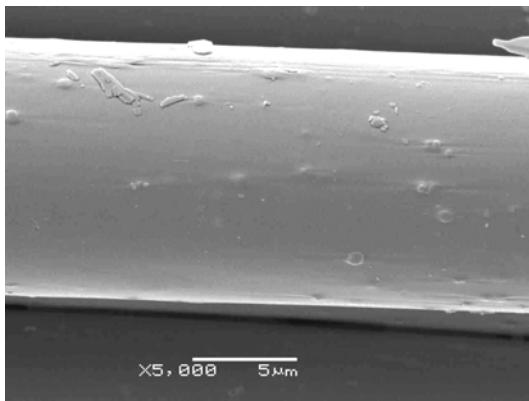


FIGURA 8: Superficie de la fibra no tratada.

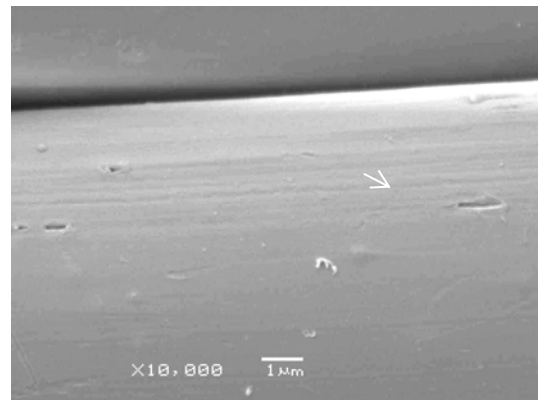
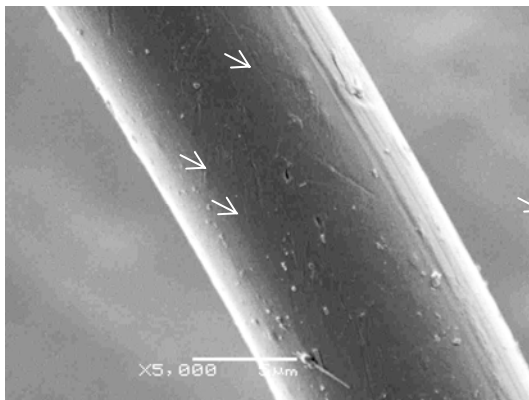


FIGURA 9: Superficie de la fibra tratada por chorro de aire

Teniendo en cuenta que los sustratos A y C son similares (el mismo título y el mismo número de filamentos) y que son del mismo productor, es interesante compararlos, ya que las diferencias corresponderían sólo a la utilización de diferentes lotes de fabricación.

En la figura 10 se representan las curvas de sorción de yodo para ambos sustratos. La evolución de la curva es prácticamente igual en todas las temperaturas de ensayo, pero el sustrato

C tiene una sorción de yodo inferior entre 15 y 20 mgI₂/g por fibra que el sustrato A. Los valores de cristalinidad de sustrato C son más altos (35,1%) que los del sustrato A (33,0%) y esto explica su menor sorción de yodo.

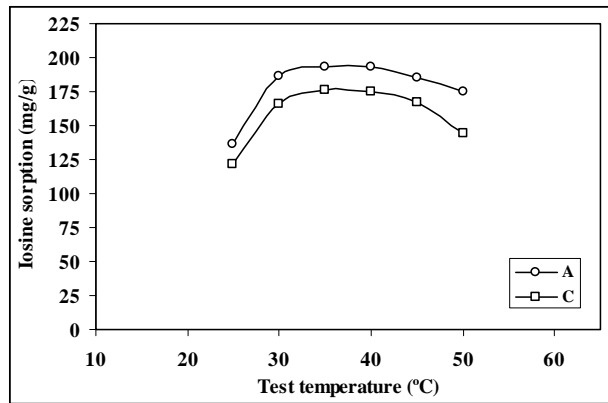


FIGURA 10: Valores de sorción de yodo de los sustratos A y C.

En la figura 11, se representan las curvas de sorción de los hilos B y D (con el mismo título y el mismo número de filamentos y del mismo productor). En este caso, las curvas son muy similares y sólo en algunas temperaturas de ensayo el hilo B sorbe más yodo –cristalinidad de 35.9 frente a 35,2% del sustrato D-.

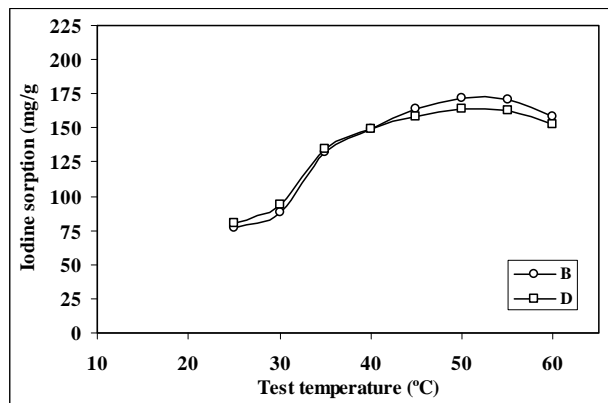


FIGURA 11: Valores de sorción de yodo de los sustratos B y D.

En la figura 12, se representa la sorción de yodo a 35°C en función de la cristalinidad de los sustratos de grupo A texturados a diferentes temperaturas. Se observa una relación lineal para las muestras texturadas a 200°C, 210°C y 220°C y una bajada para el sustrato texturado a la temperatura más alta (230°C). Como anteriormente se ha indicado, para este sustrato la temperatura de texturado parece ser demasiado alta.

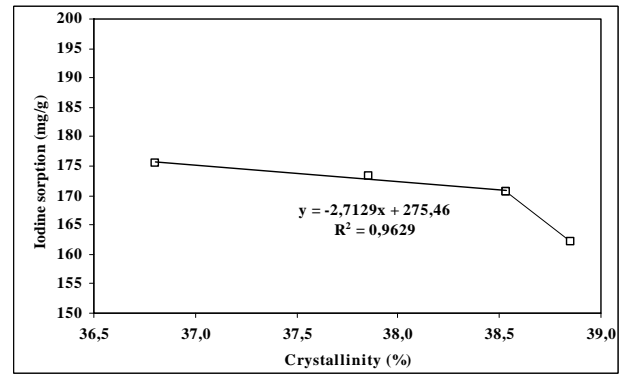


FIGURA 12: Sorción de yodo a 35°C en función de la cristalinidad (Grupo A texturado).

La Figura 13 muestra la existencia de una excelente correlación lineal de signo negativo entre la sorción de yodo (25°C y 35°C) y la cristalinidad, para los sustratos de grupo B texturados a diferentes temperaturas. Al aumentar la temperatura de texturado aumenta la cristalinidad y por lo tanto, disminuye la sorción de yodo.

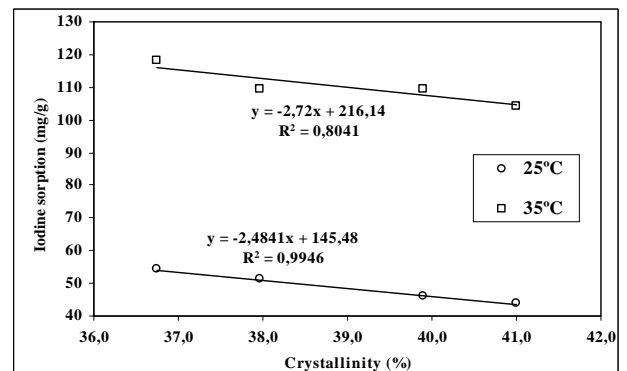


FIGURA 13: Sorción de yodo a 35°C en función de la cristalinidad (Grupo B texturado).

4. CONCLUSIONES

- 1) Durante el proceso de texturado por falsa torsión (FT), se produce un aumento de cristalinidad al aumentar la temperatura de tratamiento.
- 2) Para el grupo de hilos A (78dtex/68filamentos), el mayor incremento de cristalinidad entre el original y los sustratos texturados aparece a 200°C. Para este sustrato, la temperatura de texturado no debería superar los 220°C, ya que a 230°C los cambios en la microestructura son más abruptos.
- 3) Para los hilos del grupo B (78dtex/23filamentos), la cristalinidad aumenta progresivamente al aumentar la temperatura de texturado.

- 3) El proceso de texturado por chorro de aire produce pequeñas variaciones de cristalinidad debidas principalmente al tratamiento de secado.
- 4) La sorción yodo en la poliamida 6.6 aumenta en función de la temperatura de ensayo hasta alcanzar un máximo que aparece entre los 30°C y 50°C.
- 5) La sorción de yodo de los sustratos originales es superior a la sorción de yodo de los sustratos texturados por falsa torsión (FT) a diferentes temperaturas.
- 6) La sorción de yodo de los hilos texturados por chorro de aires tiene muy poca variación en comparación con los hilos originales.
- 7) Existe una correlación lineal de signo negativo entre la sorción de yodo y la cristalinidad de los sustratos texturados por el sistema de falsa torsión (FT).

5. AGRADECIMIENTOS

Este trabajo forma parte del proyecto MAT 2004-04981-CO3 financiado por el Ministerio de Educación y Ciencia, en su programa de materiales. Los autores desean expresar un agradecimiento a las empresas Torcidos Ibéricos S.A. y Ductel, S.A. por la preparación de las muestras. También agradecemos la colaboración, en el desarrollo de trabajos experimentales, del Sr.

Francisco Jimbel, la Sra. Carmen Escamilla y la Sra. Mercedes Escusa.

6. BIBLIOGRAFÍA

1. Maillo, J., Gacén, J., Cayuela, D., Vallejo, E., Mercado, L. and Fernández, O. "Sorción de yodo de la fibra de poliamida 6. Sensibilidad de la técnica a las variaciones de estructura fina", *Revista de Química Textil*, 86-98, 164, July-September 2003.
2. Lacko, V. and Galansky, M., "L'assorbimento di iodio delle fibre poliesteri quale misura della regolarità del fissaggio", *Textilia*, 47-52, 11, November 1972.
3. Gacén, J., Maillo, J. and Bordas, J., "La sorption d'iode. Méthode de caractérisation de la structure des fibres de polyester", *Bulletin scientifique ITF*, 155-165, 23, 6, August 1977.
4. Cayuela, D. and Gacén, J. *Journal of Thermal Analysis*, 1599, 41, 1994.
5. Fouda, I.M. El-Tonsy, MM. and Shabam A.M. "Evaluation of the structural behaviour of annealed nylon 6 fibres from density measurement", *Journal of Material Science*, 5085-5092, 26, 18, 1991.